Rec'd PCT/PTO 03 SEP 2004
PCT/JP03/02568
05.03.03

日本国特許庁
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office

出願年月日
Date of Application: ２００２年　３月　５日

RECD 15 MAY 2003
WIPO PCT

出願番号
Application Number: 特願２００２－０５９１８２

[ST.10/C]: [ＪＰ２００２－０５９１８２]

出願人
Applicant(s): 三菱住友シリコン株式会社

PRIORITY DOCUMENT
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH
RULE 17.1(a) OR (b)

２００３年　４月１５日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office 太田信一郎

BEST AVAILABLE COPY出証番号　出証特２００３－３０２６４２０

【書類名】　特許願
【整理番号】　J93160A1
【提出日】　平成14年 3月 5日
【あて先】　特許庁長官　殿
【国際特許分類】　H01L 21/324
【発明の名称】　シリコン単結晶層の製造方法及びシリコン単結晶層
【請求項の数】　4
【発明者】
【住所又は居所】　東京都港区芝浦一丁目２番１号　三菱住友シリコン株式会社内
【氏名】　柴山　隆
【発明者】
【住所又は居所】　東京都港区芝浦一丁目２番１号　三菱住友シリコン株式会社内
【氏名】　村上　義男
【発明者】
【住所又は居所】　東京都港区芝浦一丁目２番１号　三菱住友シリコン株式会社内
【氏名】　新行内　隆之
【特許出願人】
【識別番号】　302006854
【氏名又は名称】　三菱住友シリコン株式会社
【代理人】
【識別番号】　100064908
【弁理士】
【氏名又は名称】　志賀　正武
【選任した代理人】
【識別番号】　100108578
【弁理士】

【氏名又は名称】　高橋　詔男

【選任した代理人】

【識別番号】　100101465

【弁理士】

【氏名又は名称】　青山　正和

【選任した代理人】

【識別番号】　100117189

【弁理士】

【氏名又は名称】　江口　昭彦

【選任した代理人】

【識別番号】　100120396

【弁理士】

【氏名又は名称】　杉浦　秀幸

【選任した代理人】

【識別番号】　100108453

【弁理士】

【氏名又は名称】　村山　靖彦

【手数料の表示】

【予納台帳番号】　008707

【納付金額】　21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】　明細書　1

【物件名】　図面　1

【物件名】　要約書　1

【プルーフの要否】　要

【書類名】　明細書

【発明の名称】　シリコン単結晶層の製造方法及びシリコン単結晶層

【特許請求の範囲】

【請求項１】　シリコン単結晶層に、水素ガスまたは不活性ガスもしくはこれらの混合ガスからなる雰囲気ガス中で６００°Ｃ以上９５０°Ｃ未満の温度で短時間熱アニールによる熱処理を施す熱処理工程を有することを特徴とするシリコン単結晶層の製造方法。

【請求項２】　前記熱処理を行う時間を、１秒以上３００秒以下としたことを特徴とする請求項１記載のシリコン単結晶層の製造方法。

【請求項３】　請求項１または２のいずれかに記載のシリコン単結晶層の製造方法において、前記熱処理されるシリコン単結晶層は、シリコン単結晶のインゴット内での格子間シリコン型点欠陥が支配的に存在する領域を〔Ｉ〕とし、空孔型点欠陥が支配的に存在する領域を〔Ｖ〕とし、格子間シリコン型点欠陥の凝集体及び空孔型点欠陥の凝集体が存在しないパーフェクト領域を〔Ｐ〕とするときに、パーフェクト領域〔Ｐ〕からなるインゴットから切り出された点欠陥の凝集体が存在しないシリコンウェーハからなることを特徴とするシリコン単結晶層の製造方法。

【請求項４】　請求項１から３のいずれかに記載のシリコン単結晶層の製造方法によって製造されるシリコン単結晶層であって、前記熱処理により、表面の品質を改善してなることを特徴とするシリコン単結晶層。

【発明の詳細な説明】

【０００１】

【発明の属する技術分野】

本発明は、デバイス形成の際の基板となるシリコン単結晶層の表面の品質を改善するシリコン単結晶層の製造方法及びシリコン単結晶層に関する。

【０００２】

【従来の技術】

上記のシリコン単結晶層としては、ＣＺ（チョクラルスキー）法で引上成長され

たシリコン単結晶のインゴットを加工して作製されたシリコンウェーハや、基板上にエピタキシャル成長によって形成したシリコン単結晶層などがある。

このようなシリコン単結晶層の表面には、薄い酸化膜が形成されて、さらにその上に各種の薄膜がフォトリソグラフィ工程やエッチング工程等を経て所定のパターンで積層されることで、デバイスが形成される。

【０００３】

ここで、従来より用いられているシリコンウェーハのシリコン単結晶層の表面には、作製時の加工に起因する微小な欠陥、例えば研磨処理等の機械的加工によって生じたダメージや、溶液中の金属元素の化学的作用によって生じた表面の不完全性や特異点等が残留している。

本発明者は、このような欠陥を有するシリコン単結晶層の表面に洗浄やエッチングを施した場合、表面に残留していた欠陥が顕在化して、表面に形成される酸化膜の信頼性（GOI:Gate Oxide Integrity）が低下してしまうことを発見した。

これは、洗浄液やエッチャントがシリコン単結晶層の表面において弱い部分に集中して作用するためと思われ、洗浄液やエッチャントとして例えばフッ酸系のものなど選択性の高い性質のものを用いた場合に、より顕著に現れる。

このように洗浄液やエッチャントを使用することによってシリコン単結晶層のＧＯＩが低下することで、その後にシリコン単結晶層の表面に形成されるデバイスの品質（例えば酸化膜の耐圧性等）が不良となりやすく、歩留まりが悪くなる場合があった。

【０００４】

従来より、シリコン単結晶層に熱処理を施してその表面の品質を改善する方法がいくつか提案されている。例えば、特開平１１－１３５５１４号公報には、水素ガスまたはアルゴンガス雰囲気中において１１５０°Ｃから１３００°Ｃの温度で、熱処理時間を１秒から６０秒の間としてＲＴＡ処理を施すことによって、結晶起因の欠陥であるＣＯＰ（Crystal Originated Particle）低減を図るアニール処理が開示されている。

また、特開２０００－９１３４２号公報には、水素ガスまたはアルゴンガス雰囲気中において９５０°Ｃから１１５０°Ｃの温度で、熱処理時間を１秒から３

０００秒の間としてＲＴＡ処理を施すことによって、表面のラフネスが改善されることが開示されている。

【０００５】

【発明が解決しようとする課題】

しかし、シリコン単結晶層の表面の品質を改善するために行われる上記のＲＴＡ処理は、いずれも９５０°Ｃ以上の比較的高温で行われるものであって、このような高温の熱処理を行うと、熱処理に用いる熱処理装置（炉）からの金属汚染が避けられない。

また、シリコン単結晶層表面のマイクロラフネスは改善しても、パーティクルカウンター（対象物の表面からの反射光に基づいて表面の状態を光学的に調べる装置）によって表面の状態を調べる際に、パーティクルカウンターで測定される反射光のバックグラウンド（ヘイズ）レベルが悪化してしまう。

さらには、熱処理するシリコン単結晶層が、ＣＺ法で引上成長されたシリコン単結晶のインゴットを加工して作製されたシリコンウェーハ等、内部に酸素析出核を設けたものである場合には、このように高温で熱処理を行うことによってシリコン単結晶層中の酸素析出核が消滅し、デバイス熱処理を経た後のシリコン単結晶層中のＢＭＤ密度が著しく低下する欠点がある。

【０００６】

本発明は、前述の課題に鑑みてなされたもので、表面の品質を改善したシリコン単結晶層の製造方法及びこの製造方法によって製造されたシリコン単結晶層を提供することを目的としている。

【０００７】

【課題を解決するための手段】

本発明は、前記課題を解決するために以下の構成を採用した。すなわち、本発明にかかるシリコン単結晶層の製造方法は、シリコン単結晶層を、水素ガスまたは不活性ガスもしくはこれらの混合ガスからなる雰囲気ガス中で６００°Ｃ以上９５０°Ｃ未満の温度で短時間熱アニールによる熱処理を施す熱処理工程を有することを特徴としている。

また、本発明のシリコン単結晶層の製造方法では、前記熱処理を行う時間を、

１秒以上３００秒以下とした技術が採用される。

また、本発明のシリコン単結晶層の製造方法では、上記のシリコン単結晶層の製造方法において、前記熱処理されるシリコン単結晶層を、シリコン単結晶のインゴット内での格子間シリコン型点欠陥が支配的に存在する領域を〔Ｉ〕とし、空孔型点欠陥が支配的に存在する領域を〔Ｖ〕とし、格子間シリコン型点欠陥の凝集体及び空孔型点欠陥の凝集体が存在しないパーフェクト領域を〔Ｐ〕とするときに、パーフェクト領域〔Ｐ〕からなるインゴットから切り出された点欠陥の凝集体が存在しないシリコンウェーハとする技術が採用される。

【０００８】

本発明にかかるシリコン単結晶層は、請求項１から３のいずれかに記載のシリコン単結晶層の製造方法によって製造されるシリコン単結晶層であって、前記熱処理により、表面の品質を改善してなることを特徴としている。

【０００９】

このシリコン単結晶層の製造方法及びシリコン単結晶層では、シリコン単結晶層に、水素（H_2）ガスまたは不活性ガスもしくはこれらの混合ガスからなる雰囲気ガス中で６００°Ｃ以上９５０°Ｃ未満の温度で短時間熱アニールによる熱処理を施す熱処理工程を施している。ここで、前記不活性ガスとしては、例えばアルゴン（Ａｒ）ガスや窒素（N_2）ガス等が用いられる。

このように水素ガスまたは不活性ガス、もしくはこれらの混合ガスからなる雰囲気ガス中で熱処理を行うことで、シリコン単結晶層の表面の酸化膜が除去され、さらに表面のシリコン原子が移動してシリコン単結晶層の表面の欠陥が消失する。

この熱処理において、処理温度が６００°Ｃよりも低温であると、温度が低すぎて、シリコン単結晶層の表面のシリコンの移動が起こりにくい。

一方、処理温度が９５０°Ｃ以上であると、熱処理に用いる熱処理装置からの金属汚染が避けられず、また、パーティクルカウンターで測定される反射光のバックグラウンドレベルが悪化してしまう。さらに、高温での熱処理によってシリコン単結晶層中の酸素析出核が消滅し、デバイス熱処理を経た後のＢＭＤ密度が著しく低下してしまう。

このため、本発明にかかるシリコン単結晶層の製造方法において、シリコン単結晶層に施す熱処理の温度は、６００°Ｃ以上９５０°Ｃ未満とされる。

【００１０】

また、本発明のシリコン単結晶層の製造方法では、前記熱処理を行う時間を、１秒以上としたので、熱処理によるシリコン単結晶層表面のシリコン原子の移動を行う時間が確保される。

この熱処理を行う時間を３００秒以下としたのは、それ以上の時間の熱処理を施してもさらなる改善は見られず、生産性（スループット）が低下するためである。

ここで、シリコン単結晶層の表面のシリコン原子は、表面に酸化膜のない状態では、６００°Ｃ以上９５０°Ｃ未満という比較的低温の熱処理でも容易に移動することができるので、熱処理を１秒以上継続させることで、表面の酸化膜の除去とシリコン原子の移動とを行わせてシリコン単結晶層表面の欠陥を消失させることができる。

【００１１】

また、本発明のシリコン単結晶層の製造方法では、シリコン単結晶層がパーフェクト領域〔Ｐ〕からなるインゴットから切り出された点欠陥の凝集体が存在しないシリコンウェーハを用いてもよい。この場合には、本発明による加工起因の欠陥の改善効果に加えて、結晶起因のボイド欠陥も存在せず、完全な酸化膜特性が得られる。

【００１２】

【発明の実施の形態】

以下、本発明の一実施の形態について、図面を参照しながら説明する。

本実施の形態では、本発明にかかるシリコン単結晶層を、ＣＺ法で引上成長されたシリコン単結晶のインゴットを加工して作製されたシリコンウェーハとしている。これに限らず、シリコン単結晶層は、基板上にエピタキシャル成長によって形成したものであってもよい。

【００１３】

このシリコンウェーハは、インゴットから切り出されたのちに内部に新たに空

孔を形成するＲＴＡ処理（急加熱及び急冷却の短時間熱アニール）を行ったシリコンウェーハＷに対して、例えば図１に示す熱処理装置１によってさらに熱処理を施すことによって得られる。

この熱処理装置１は、石英チューブ２内に支持具等を用いてその内面から離間させた状態にしてシリコンウェーハＷを設置するとともに石英チューブ２内に雰囲気ガスＧを供給しながら外部から赤外線ランプ３等を用いたランプ加熱による赤外線照射を行って熱処理するものである。

【００１４】

なお、上記シリコンウェーハＷとしては、図２に示すように、シリコン単結晶のインゴット内での格子間シリコン型点欠陥が支配的に存在する領域を〔Ｉ〕とし、空孔型点欠陥が支配的に存在する領域を〔Ｖ〕とし、格子間シリコン型点欠陥の凝集体及び空孔型点欠陥の凝集体が存在しないパーフェクト領域を〔Ｐ〕とするときに、パーフェクト領域〔Ｐ〕からなるインゴットから切り出された点欠陥の凝集体が存在しないものを用いている。なお、空孔型点欠陥は、一つのシリコン原子がシリコン結晶格子で正常な一つから離脱した空孔による欠陥であり、また、格子間シリコン点欠陥は、原子がシリコン結晶の格子点以外の位置（インタースチシャルサイト）にある場合の欠陥をいう。

すなわち、このパーフェクト領域〔Ｐ〕からなるシリコンウェーハは、例えば特開平１－１３９３号公報に提案されているように、ＣＺ法によりホットゾーン内のシリコン融液からインゴットをボロンコフ(Voronkov) 理論に基づいた引上速度プロファイルで引き上げられ、このインゴットをスライスして作成される。

【００１５】

このインゴットは、引上速度をＶ（ｍｍ／分）とし、ルツボ中のシリコン融液とインゴットとの界面近傍におけるインゴット鉛直方向の温度勾配をＧ（°Ｃ／ｍｍ）とするとき、熱酸化処理をした際にリング状に発生するＯＳＦ（Oxidation Induced Stacking Fault;酸素誘起積層欠陥）がウェーハ中心部で消滅するように、Ｖ／Ｇ（mm^2／分・°Ｃ）の値を決めて作られる。

【００１６】

上記ボロンコフ理論では、図２に示すように、Ｖ／Ｇを横軸にとり、空孔型点

欠陥濃度と格子間シリコン型欠陥濃度を同一の縦軸にとって、Ｖ／Ｇと点欠陥濃度との関係を図式的に表現し、空孔領域と格子間シリコン領域の境界がＶ／Ｇによって決定されることを説明している。より詳しくは、Ｖ／Ｇ比が臨界点以上では空孔型点欠陥濃度が優勢なインゴットが形成される反面、Ｖ／Ｇ比が臨界点以上では格子間シリコン型点欠陥濃度が優勢なインゴットが形成される。図２において、〔Ｉ〕は格子間シリコン型点欠陥が支配的であって、格子間シリコン点欠陥が存在する領域（$(V/G)_1$以下）を示し、〔Ｖ〕はインゴット内での空孔型点欠陥が支配的であって、空孔型点欠陥の凝集体が存在する領域（$(V/G)_2$以下）を示し、〔Ｐ〕は空孔型点欠陥の凝集体及び格子間シリコン型点欠陥の凝集体が存在しないパーフェクト領域（$(V/G)_1$～$(V/G)_2$）を示す。領域〔Ｐ〕に隣接する領域〔Ｖ〕にはＯＳＦ核を形成する領域〔ＯＳＦ〕（$(V/G)_2$～$(V/G)_3$）が存在する。

【００１７】

したがって、シリコンウェーハに供されるインゴットの引上速度プロファイルは、インゴットがホットゾーン内のシリコン融液から引き上げられるとき、温度勾配に対する引上速度の比（Ｖ／Ｇ）が格子間シリコン型点欠陥の凝集体の発生を防止する第１臨界比（$(V/G)_1$）以上であって、空孔型点欠陥の凝集体をインゴットの中央にある空孔型点欠陥が支配的に存在する領域内に制限する第２臨界比（$(V/G)_2$）以下に維持されるように決められる。

【００１８】

この引上速度のプロファイルは、実験的に基準インゴットを軸方向にスライスすることやシミュレーションによって上記ボロンコフ理論に基づいて決定される。

【００１９】

なお、ＣＯＰ等の点欠陥の凝集体が検出方法によって検出感度、検出下限値が異なる値を示すことがある。そのため、本明細書において、「点欠陥の凝集体が存在しない」の意味は、鏡面加工されたシリコン単結晶のインゴットを無攪拌セコエッチングを施した後に光学顕微鏡により、観察面積とエッチング取り代との積を検査体積として観察した際に、フローパターン（空孔型欠陥）及び転位クラ

スタ（格子間シリコン型点欠陥）の各凝集体が$１\times１０^{-3}ｃｍ^{3}$の検査体積に対して１個欠陥が検出された場合を検出下限値（１×１０^{3}個／$ｃｍ^{3}$）とするとき、点欠陥の凝集体の数が上記検出下限値以下であることをいう。

【００２０】

このシリコンウェーハＷに施される熱処理は、水素ガスまたは不活性ガスもしくはこれらの混合ガスからなる雰囲気ガス中で、６００°Ｃ以上９５０°Ｃ未満の温度範囲内で行われるものである。ここで、不活性ガスとしては、例えばアルゴン（Ａｒ）ガスや窒素（$Ｎ_{2}$）ガス等が用いられる。

この熱処理は、急速加熱、急速冷却（例えば、１０°Ｃ／秒の昇温または降温）のＲＴＡ処理であって、例えば１秒以上３００秒以下の間行われる。本実施の形態では、水素ガス雰囲気中で、９００°Ｃで１０秒の熱処理を行った。

【００２１】

この熱処理を施すことによって、シリコンウェーハＷの表面に形成された酸化膜が除去され、さらに表面のシリコン原子が移動してシリコンウェーハＷの表面の欠陥が消失する。

ここで、シリコンウェーハＷの表面のシリコン原子は、表面に酸化膜のない状態では、６００°Ｃ以上９５０°Ｃ未満という比較的低温の熱処理でも容易に移動することができる。

そして、上記の熱処理の温度は６００°Ｃ以上であるので、シリコンウェーハＷの表面の酸化膜の除去及び表面のシリコン原子の移動が確実に行われる。

一方、熱処理温度は９５０°Ｃ未満であるので、熱処理装置１由来のシリコンウェーハの金属汚染が生じにくく、また、パーティクルカウンターで測定される反射光のバックグラウンドレベルの悪化が抑えられる。

さらに、熱処理温度が低温であるため、シリコンウェーハＷ中の酸素析出核が消滅しにくく、デバイス熱処理を経た後のＢＭＤ密度の低下を抑えることができる。

【００２２】

また、この熱処理は、熱処理によるシリコン単結晶層表面のシリコン原子の移動を行う時間を確保するために、１秒以上継続させて行っており、これによりシ

リコンウェーハWの表面の酸化膜の除去とシリコン原子の移動とが確実に行われる。

この熱処理を行う時間は、改善効果と生産性のため、３００秒以下とすることが好ましい。

【００２３】

このシリコンウェーハWは、さらに酸素（O_2）ガス雰囲気中で９５０°Ｃ未満の温度で熱処理を施すことで表面に酸化膜が形成されて、表面の品質が改善されたシリコンウェーハが得られる。

このシリコンウェーハには、酸化膜の上に各種の薄膜がフォトリソグラフィ工程やエッチング工程等を経て所定のパターンで積層されることで、デバイスが形成される。

このように表面の品質が改善された本発明にかかるシリコンウェーハは、以降は洗浄液やエッチャントを使用してもＧＯＩが低下することがない。

このため、その後にシリコン単結晶層の表面に形成されるデバイスの品質（例えば酸化膜の耐圧性等）が不良となりにくく、歩留まりを向上させることができる。

【００２４】

なお、本発明の技術範囲は上記実施の形態に限定されるものではなく、本発明の趣旨を逸脱しない範囲において種々の変更を加えることが可能である。例えば、上記実施の形態では、シリコンウェーハWに熱処理を施す際に赤外線ランプ３を使ってシリコンウェーハWに赤外線を照射して加熱したが、他の光線（可視光等）により加熱しても構わない。また、上記の熱処理装置１のようなＲＴＡ炉の代わりに、従来の電気炉を用いてもよい。

【００２５】

【実施例】

ここで、シリコン単結晶層に施した熱処理の条件による表面の品質の差を検証するために、以下の試験及び検査を行った。

以下の試験及び検査では、ほぼ同一の品質のシリコン単結晶層にそれぞれ熱処理温度または熱処理時間の異なる熱処理を施してなる複数のシリコン単結晶層を

用意し、これらシリコン単結晶層に、同じ条件でエッチングと洗浄とを施し、さらに酸素（O_2）ガス雰囲気中で９００°Ｃの熱処理を施して表面に９ｎｍの厚みの酸化膜を形成したものを用いた。

ここで、以下の試験及び検査では、シリコン単結晶層として、ＣＺ法で引上成長されたシリコン単結晶のインゴットを加工して作製されたシリコンウェーハを用い、熱処理の雰囲気ガスとしては水素ガスを用いた。また、エッチャントとしては、H_2O（水）：ＨＦ（フッ化水素）＝５０：１となるエッチャントを用い、洗浄液としては、NH_4OH：H_2O_2：H_2O＝１：１：５となる洗浄液を用いた。

【００２６】

〔酸化膜の耐圧性能試験〕

この試験では、上記の熱処理において熱処理温度または熱処理時間が異なる各シリコン単結晶層の表面に、フォトリソグラフィ工程によって縦横０．５μｍの大きさのポリシリコン電極を形成し、各シリコン単結晶層についてポリシリコン電極の耐圧性能、すなわちシリコン単結晶層表面の酸化膜の耐圧性能を検証した。

ここでは、各シリコン単結晶層の表面に、５ｍｍ×４ｍｍのパターンでポリシリコン電極を複数パターニングし、各ポリシリコン電極にそれぞれ電圧を引加した。この印加電圧は、印加開始から次第にステップ状に上げてゆき、各ポリシリコン電極に、最大１ｍＡ（およそ１１ＭＶ／ｃｍ^2の電界強度に相当）のストレスを印加した。

このように電圧を印加したのち、シリコン単結晶層上に形成したポリシリコン電極の総数に占める、壊れなかったポリシリコン電極の比率を良品率（％）とした。

【００２７】

そして、熱処理時間は同一（６０秒）で熱処理温度の異なる各シリコン単結晶層の良品率を求めて、ＲＴＡ処理温度に対する良品率の依存性を求めた。この結果を図３のグラフに示す。

【００２８】

また、熱処理時間は同一（６０秒）で熱処理温度の異なる各シリコン単結晶層を各熱処理温度ごとに二枚用意し、各シリコン単結晶層について、表面に形成したポリシリコン電極の耐圧性能における良品の分布を求めた。この結果を図４に示す。図４において、シリコン単結晶層の表面のます目一つがそれぞれひとつのパターン（ポリシリコン電極）を示しており、白色のます目は良品を示し、黒色のます目は不良品を示している。

【００２９】

図３及び図４に示すように、熱処理温度が６００°Ｃよりも低温である場合には、明らかに不良率が高く、熱処理温度が６００°Ｃ以上である場合には、良品率はほぼ９０％以上に向上していることがわかる。

このことから、熱処理温度が６００°Ｃよりも低いシリコン単結晶層では、ＨＦエッチングによる酸化膜の耐圧性能の低下が生じており、熱処理温度が６００°Ｃ以上の場合には、酸化膜の耐圧性能の低下が生じていないことがわかる。

【００３０】

また、前記の熱処理において熱処理温度は同一（９００°Ｃ）で熱処理時間のみが異なる各シリコン単結晶層を複数用意し、これらシリコン単結晶層の表面に形成したポリシリコン電極に前記の耐圧試験を行い、熱処理時間に対する良品率の依存性を求めた。この結果を図５のグラフに示す。

図５から、熱処理時間が１秒と極めて短時間でも、シリコン単結晶層の表面の品質の改善効果が高いことがわかる。

【００３１】

〔表面検査〕

次に、上記の熱処理において熱処理時間は同一（６０秒）で熱処理温度の異なる各シリコン単結晶層について、ＳＰＶ（表面光電位測定）によってシリコン単結晶層表面のＦｅ汚染レベルを測定し、熱処理温度に対するＦｅ汚染レベルの依存性を調べた。この結果を図６のグラフに示す。

図６から、熱処理温度が６００°Ｃから９５０°Ｃ未満の範囲にある場合にはＦｅ汚染レベルはほぼ一定であるのに対し、熱処理温度が９５０°Ｃ以上の場合には、熱処理温度が９５０°Ｃ未満の場合に比べてＦｅ汚染レベルが増加してい

ることがわかる。

【００３２】

さらに、これらシリコン単結晶層について、パーティクルカウンターによってシリコン単結晶層表面の散乱光強度を測定してヘイズレベル（バックグラウンドレベル）を求め、熱処理温度に対するヘイズレベルの依存性を示した。この結果を図７のグラフに示す。

図７から、熱処理温度が９５０°Ｃ未満の場合には、熱処理温度が高くなるに従ってヘイズレベルはごく緩やかに増加しているが、熱処理温度が９５０°Ｃ以上になるとヘイズレベルが急激に増加しており、熱処理温度が９５０°Ｃ未満の場合と９５０°Ｃ以上の場合とでは、シリコン単結晶層の表面状態に明らかな差が生じていることがわかる。

【００３３】

〔ＢＭＤ密度測定〕

次に、上記の熱処理において熱処理時間は同一（６０秒）で熱処理温度の異なる各シリコン単結晶層について、セコエッチングを行い、シリコン単結晶層内部のＢＭＤ密度を観察した。この結果を図８に示す。

この測定では、シリコン単結晶層として、上記の熱処理の前に、熱処理温度８００°Ｃで４時間の熱処理を行い、さらに１０００°Ｃで１６時間の熱処理を行って表層でのＤＺと内部でのＢＭＤ形成を行ったシリコンウェーハを用いた。

図８から、熱処理温度が９５０°Ｃ未満の場合には、熱処理温度が高くなるにつれてシリコン単結晶層中のＢＭＤ密度は緩やかに低下している。そして、熱処理温度が９５０°Ｃ以上になるとＢＭＤ密度は急激に低下していることがわかる。

【００３４】

以上の試験及び検査の結果より求められた、酸化膜の耐圧性能、Ｆｅ汚染レベル、パーティクルカウンターによる測定のバックグラウンド（ヘイズ）レベル、シリコン単結晶層内部に残存するＢＭＤ量等の特性から、シリコン単結晶層を製造する際の熱処理温度の範囲は、６００°Ｃ以上９５０°Ｃ未満とすることで、洗浄液やエッチャントに対する耐性が高く、酸化膜の耐圧性能が良好であるシリ

コン単結晶層の製造が可能となることがわかる。

【００３５】

【発明の効果】

本発明によれば、以下の効果を奏する。

本発明にかかるシリコン単結晶層の製造方法によれば、水素ガスまたは不活性ガス、もしくはこれらの混合ガスからなる雰囲気ガス中で、シリコン単結晶層に６００°Ｃ以上９５０°Ｃ未満の温度で熱処理を施すので、シリコン単結晶層の表面の酸化膜が除去されるとともに表面のシリコン原子が移動して、表面の欠陥が消失することとなり、シリコン単結晶層の表面の品質を改善することができる。

これにより、シリコン単結晶層の表面に金属汚染及びパーティクルカウンターによる測定の際のバックグラウンドレベルが抑えられ、さらにはシリコン単結晶層中のＢＭＤ密度の低下も抑えられた、洗浄液やエッチャントに対する耐性の高い本発明のシリコン単結晶層を製造することができる。

従って、このシリコン単結晶層の製造方法は、大口径化されるウェーハに好適であり、特に２００ｍｍよりも大きい径の３００ｍｍのウェーハにおいて、さらに有効である。

【図面の簡単な説明】

【図１】　本発明にかかるシリコン単結晶層の製造方法を概略的に示す図である。

【図２】　ボロンコフ理論に基づいた、Ｖ／Ｇ比が臨界点以上では空孔豊富インゴットが形成され、Ｖ／Ｇ比が臨界点以下では格子間シリコン豊富インゴットが形成され、パーフェクト領域が第１臨界比（$(V/G)_1$）以上第２臨界比（$(V/G)_2$）以下であることを示す図である。

【図３】　シリコン単結晶層に施したＲＴＡ処理温度に対する良品率の依存性を示すグラフである。

【図４】　ＲＴＡ処理温度の異なる複数のシリコン単結晶層において表面に形成したポリシリコン電極の耐圧性能における良品の分布を示す図である。

【図５】　シリコン単結晶層に施したＲＴＡ処理の処理時間に対する良品率

の依存性を示すグラフである。

【図６】　シリコン単結晶層に施したＲＴＡ処理の熱処理温度に対するＦｅ汚染レベルの依存性を示すグラフである。

【図７】　シリコン単結晶層に施したＲＴＡ処理の熱処理温度に対する、パーティクルカウンターによる測定のヘイズレベル（バックグラウンドレベル）の依存性を示すグラフである。

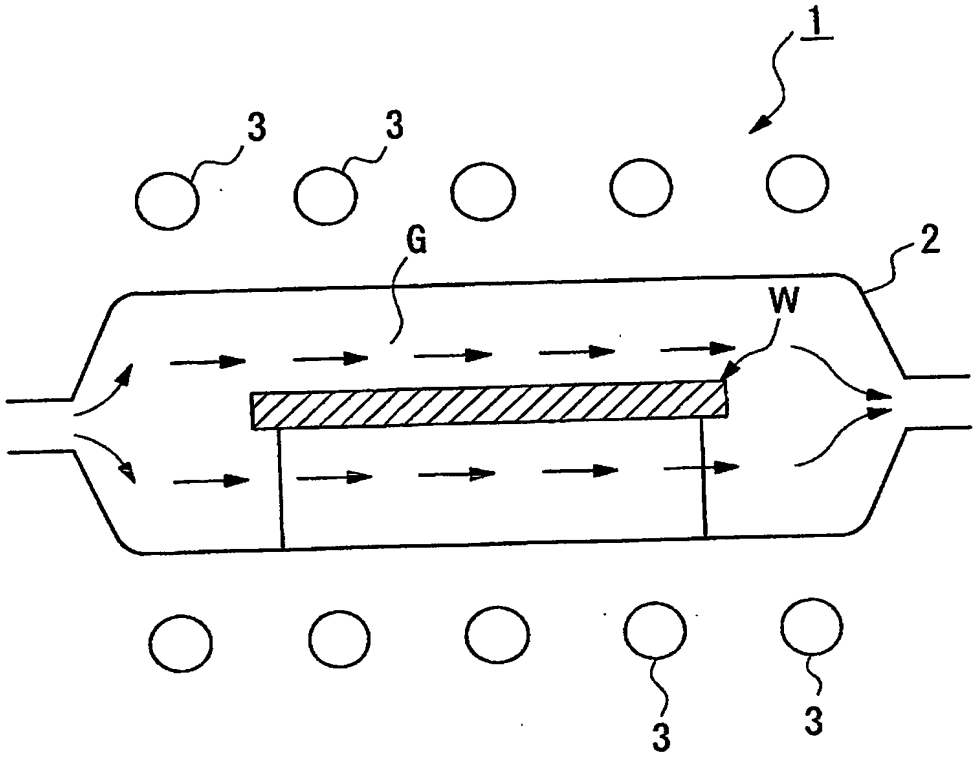
【図８】　シリコン単結晶層に施したＲＴＡ処理の熱処理温度に対する、シリコン単結晶層内部のＢＭＤ密度の依存性を示すグラフである。

【符号の説明】

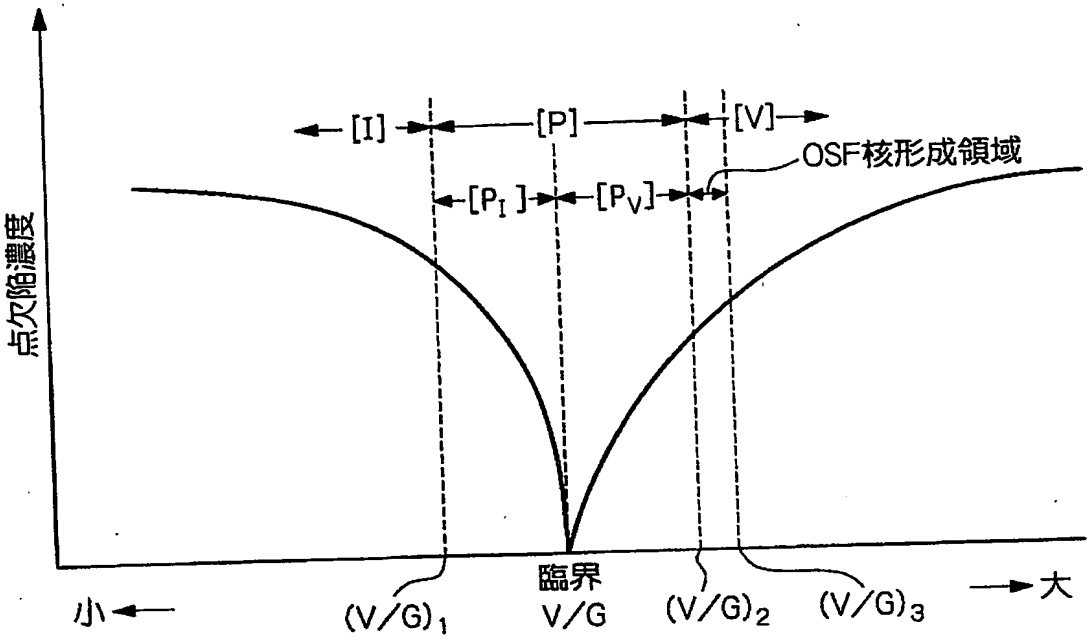
Ｗ　シリコンウェーハ（シリコン単結晶層）

【書類名】　図面

【図１】

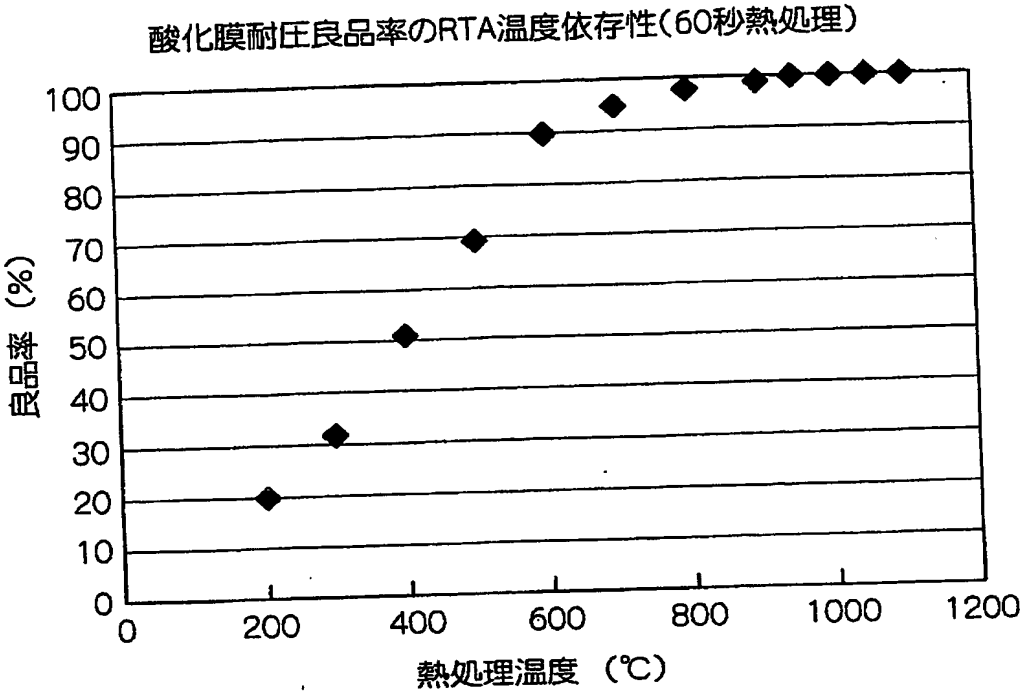


【図２】



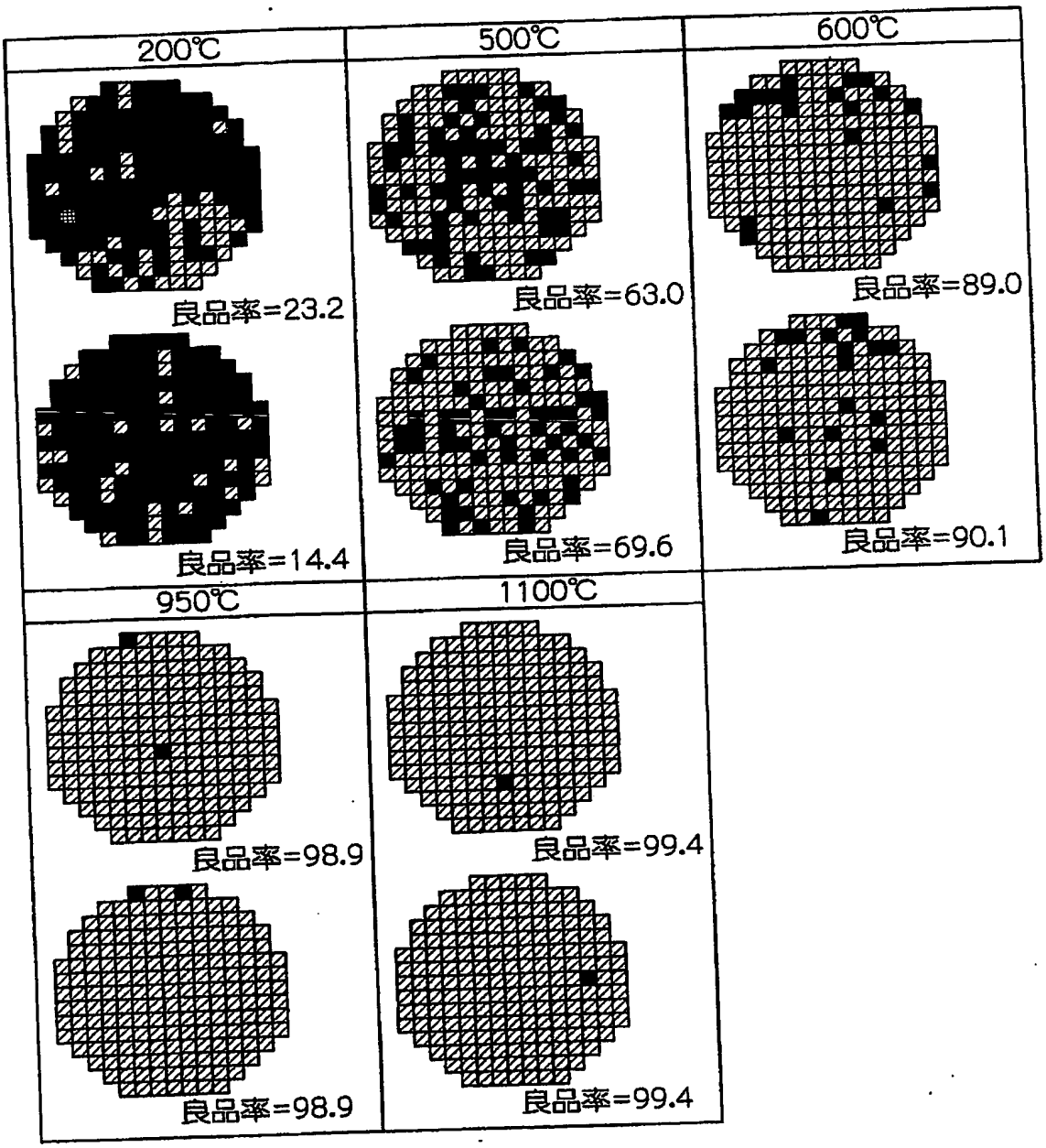
出証特２００３－３０２６４２０

【図３】


酸化膜耐圧良品率のRTA温度依存性(60秒熱処理)
良品率（%）
100
90
80
70
60
50
40
30
20
10
0
0
200
400
600
800
1000
1200
熱処理温度（℃）

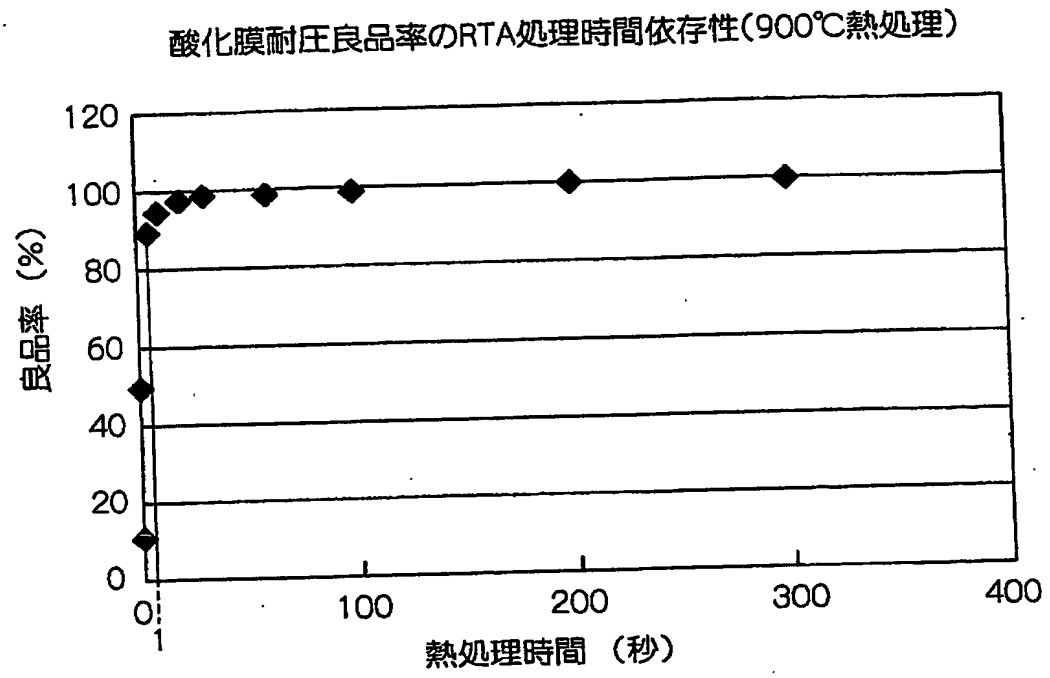
【図４】

熱処理温度ごとの良品の分布

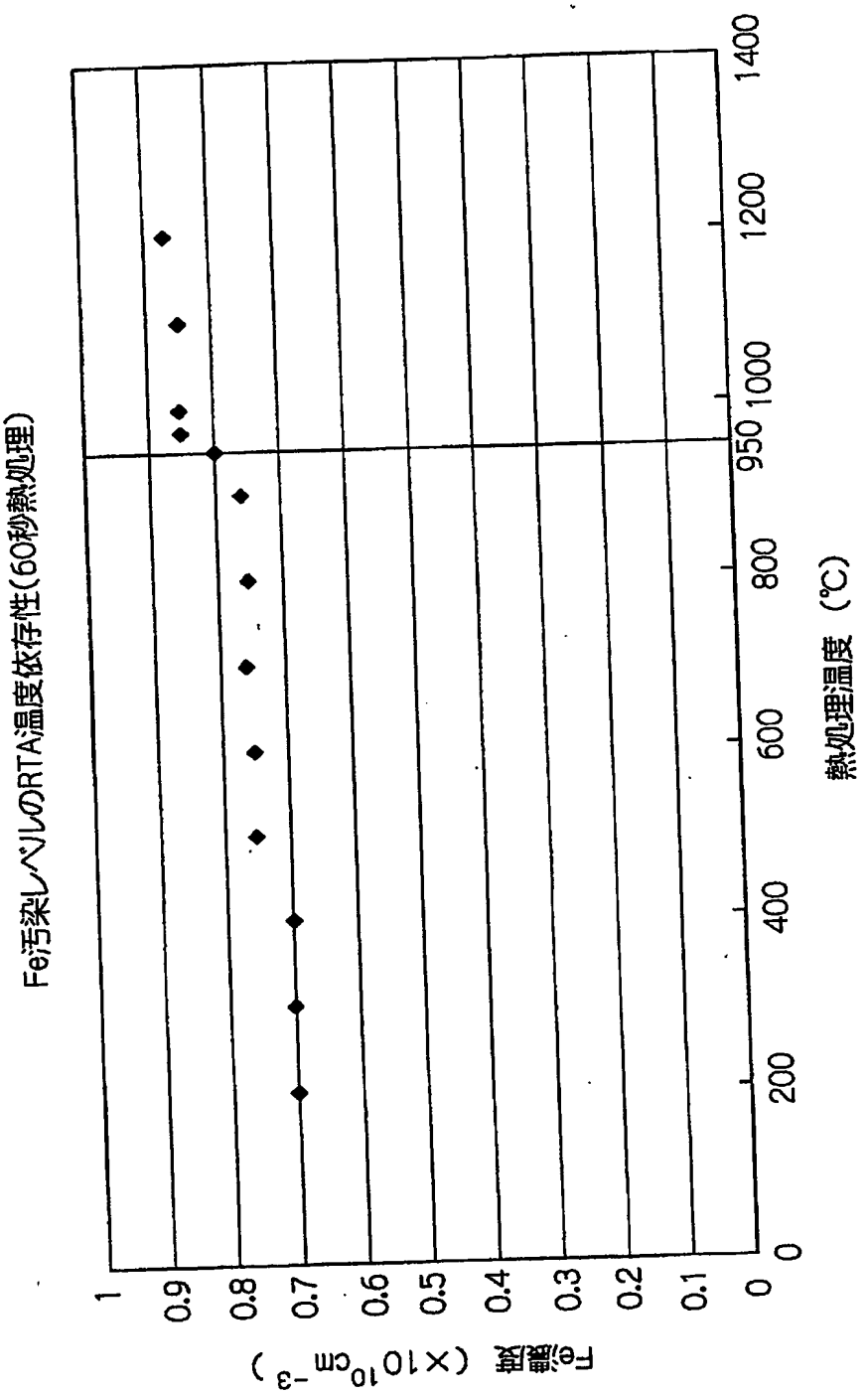


BEST AVAILABLE COPY

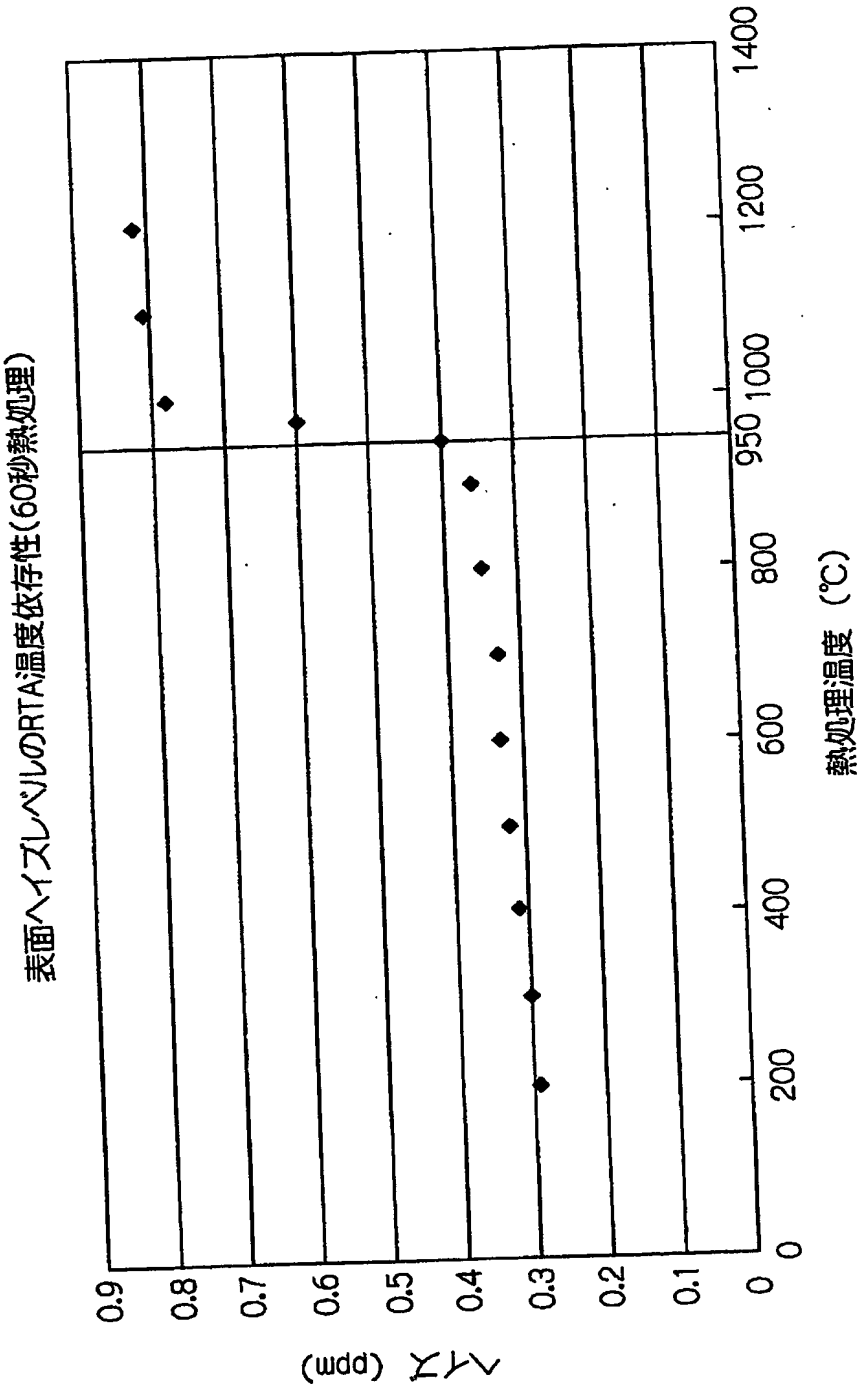
【図５】


酸化膜耐圧良品率のRTA処理時間依存性(900℃熱処理)
良品率（%）
120
100
80
60
40
20
0
0
1
100
200
300
400
熱処理時間（秒）

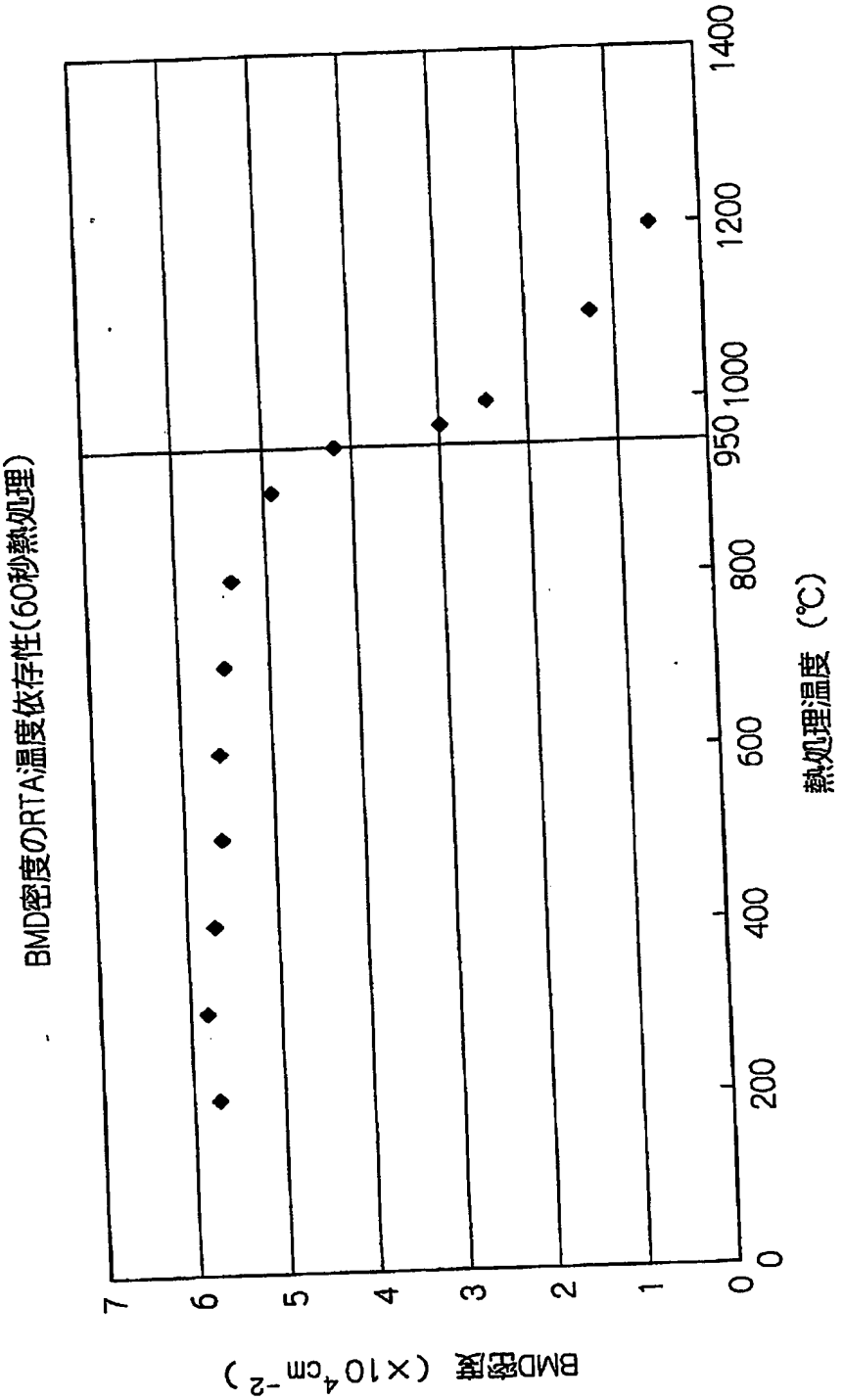
【図６】


Fe汚染レベルのRTA温度依存性(60秒熱処理)
Fe濃度 (×10^{10}cm^{-3})
熱処理温度 (℃)
0
0.1
0.2
0.3
0.4
0.5
0.6
0.7
0.8
0.9
1
0
200
400
600
800
950
1000
1200
1400

【図７】


表面ヘイズレベルのRTA温度依存性(60秒熱処理)
ヘイズ (ppm)
0.9
0.8
0.7
0.6
0.5
0.4
0.3
0.2
0.1
0
0
200
400
600
800
950
1000
1200
1400
熱処理温度 (℃)

【図８】


BMD密度のRTA温度依存性(60秒熱処理)
BMD密度 (×10⁴cm⁻²)
0
1
2
3
4
5
6
7
熱処理温度 (℃)
0
200
400
600
800
950
1000
1200
1400

【書類名】　要約書

【要約】

【課題】　シリコン単結晶層の表面の品質を改善する。

【解決手段】　シリコンウェーハW（シリコン単結晶層）を水素ガスまたは不活性ガスもしくはこれらの混合ガスからなる雰囲気ガス中で、６００°Ｃ以上９５０°Ｃ未満の温度で熱処理して、表面の品質を改善する。

【選択図】　図１

出証特２００３－３０２６４２

出願人履歴情報

識別番号　〔３０２００６８５４〕

１．変更年月日　２００２年　１月３１日
［変更理由］　新規登録
住　所　東京都港区芝浦一丁目２番１号
氏　名　三菱住友シリコン株式会社

This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning Operations and is not part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☐ FADED TEXT OR DRAWING
- ☐ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☑ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.
As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.